Q100 调制式差示扫描量热仪操作手册

差示扫描量热法（DSC）是在处于程序控制的温度下，观察样品和参比物之间的热流差随温度或时间的函数。DSC 技术广泛应用于塑料、橡胶、涂料、食品、医药、生物有机体、无机材料、金属材料与复合材料等领域。测量与研究材料的如下特性：

- 熔融与结晶过程
- 结晶度
- 玻璃化转变
- 相转变
- 氧化稳定性 / 氧化诱导期 O.I.T.
- 比热
- 多晶形
- 液晶转变
- 相容性
- 固化
- 特征温度
- 纯度
- 反应动力学
- 材料鉴别

一. 使用注意事项

1. Q100DSC 测试过程中不允许有样品的分解！亦即：本仪器只能测试分解发生之前，样品的热流曲线。哪怕很少量的分解，也会造成仪器的污染，影响测试质量和仪器寿命！
2. 为防止样品污染仪器，所有测试样品都要明确分解温度，一般最高检测上限为起始分解温度以下 50℃，同时保证在 DSC 测试温度上限没有质量的变化。第一次进行 DSC 测试的样品，必须向工作人员提供所测样品的热失重曲线或 DSC 谱图，并说明测试条件，经允许后方可测试！测试结束后自觉检查仪器状况，确保仪器清洁无污染。若有问题，必须报告工作人员，由工作人员进行处理！
3. 本仪器的制冷单元为 Refrigerated Cooling System (RCS)， 仪器使用温度范围：-80℃—400℃,400℃以上禁止进行恒温实验，否则会损害仪器！
4. Q100DSC 只配置高纯氮气。测试前先确认气体钢瓶的总压表有压力，分压表压力调节在 **0.1MPa**。**一般情况下，不必关气和开气**。若必须调节分压阀的话，一定要能缓慢，调节过程中分压不允许超过 0.12MPa，否则易损坏仪器内的气体质量流量计。
5. 只有在保证有足量的氮气吹扫仪器后，方可开启制冷系统，在确认 RCS 上的 COOL 灯亮，Flange Temperature 处于零度以下后，方可进行测试实验。
6. 打开炉盖前应确认炉子温度（Heater Temperature）在 20--35℃！
7. Q100SDT 数据保存路径：D：/Q100DSC/DATA/课题组导师名/本人姓名/ ；方法文件若需保存，路径为：E：/Q100DSC/METHODS/课题组导师名/本人姓名/
8. 拷取数据一律使用光盘，禁止使用 U 盘！
9. 本仪器未联网，但通过网卡联系电脑及仪器主机，所以，请不要更改网址设置！
10. 测试结束后，在仪器使用记录本上登记使用机时及使用情况，镍勺和镊子擦拭干净后放回原处，不要带离实验室！同时保持实验室的整洁。

二. 开机准备

1.按上面的要求检查 Q100 专用氮气钢瓶的气压表和气压,保证分压阀的压力为 **0.1MPa**。

从氮气钢瓶出来的氮气分两路进入仪器：一路气体通过仪器内部的气体质量流量计按

设定的流速进入炉体；另一路气体没有流速控制，直接吹扫仪器的冷却部件，以免水汽凝结在仪器内部。

2．打开主机、制冷系统及计算机的电源开关。（一般情况下均处于开启状态）。

注意: 机械制冷（RCS）上另有一个开关: Manual/Event, 我们目前设置到 Event，表示从计算机软件上控制制冷的启动或关闭。请大家不要自行更改此开关的设置!

3．如果仪器各部件连接正确，计算机显示屏上会在 Q Series Explorer 窗口自动显示 Q100-0246 仪器图标，双击该图标，进入实验控制窗口。

4．设置氮气流速，一般为 50ML/MIN。

5．**从 Control 菜单中选择 Event -- ON**,仪器将自动启动制冷系统。,这时还需**从 Control 菜单中选择 Go To Standby Temp.**，使 DSC 池子的温度（Heater Temperature）保持在 25—35℃，而不随 Flange Temperature 而下降。右侧屏幕的 Signal 中，显示 Flange Temperature 逐渐下降，表明制冷系统已正常工作。

三. **样品准备**

1. 称量：将 DSC 铝坩埚置于电子天平上归零，取出坩埚，加上少量样品，称量并记录样品重量。(注意：坩埚外侧和底部不能沾附样品!! ）
2. 压片：将装样坩埚置于压样机中，放上盖片，放置合适后将压杆旋下，待接触到坩埚后，稍加旋紧即可。
3. 同样方法制备参比样品坩埚。通常以空气作为参比，因此参比样品坩埚可重复使用。
4. 本室提供不密封铝坩埚和密封铝坩埚二种。测试液体样品需使用密封坩埚。
5. 确认炉子温度（Heater Temperature）在 25--35℃，在仪器的液晶显示屏中，选择 Control Menu，按 LID(Closed)按钮，仪器自动打开炉盖。将样品坩埚放入 DSC 炉内特定的位置（靠近操作者一侧），（若有上一次测试的样品坩埚，请先取出）。同时放入（若是空白坩埚作为参比，可重复使用）。
6. 按液晶显示屏的 LID(Open)按钮，关闭炉盖。

注意：打开炉盖前应确认炉子温度（Heater Temperature）在 25--35℃。

四. **设置实验参数**

在实验控制窗口设置实验参数。必要时，从 View 菜单中选择 Experiment View。

<u>Summary 页</u>

Mode	----	Standard	标准 DSC 模式
		Calibration	校正模式（工作人员校正仪器专用）
		Modulated	调制模式（进行调制式 DSC 测试）

注：选择不同的 Mode，相应的 Test 内容有所不同。

如在 Standard 模式下，Test 的内容为：

Test	----	Custom	自行编辑实验程序
		Ramp	提供等速升（或降）温实验程序
		Heat/Cool/Heat	提供升—降—升温实验程序
		……	

不同的 Test 选项，对应的 Procedure 页的内容亦不同。

<u>Sample Information</u> 输入样品名称、样品重量、有关说明。

<u>Data File Name</u> 不能直接输入，需要点Browse钮，从中选择自己课题的文件夹，然后再输入文件名，OK.

<u>Archive Enable</u> 此项请不要选择。

<u>Autoanalyze</u> 此项请不要选择。

Procedure页

在此页编辑实验方法。如果在 Test 中选择的是 Custom，点 Editor 可进行实验方法的编辑；如果在 Test 中选择的是 Ramp 等已提供的实验程序，只要修改相关参数。

如果你要进行升－降－升温操作，可以想象当以温度为横坐标时，图谱是叠加的，数据处理很不方便。为此，在编辑方法时，需在每个阶段以后，插入：MARK END OF CYCLE，CYCLE 从 1 开始。在数据处理时，就可调出各个阶段的谱图进行分析处理。

另外的二个按钮；

Advanced.. 为数据采集间隔。如无特殊需要，请不要修改此参数。

Post Test　当样品测试完毕后，仪器自动将炉子温度保持在此设定范围。请不要修改此参数！

Note页

输入操作者姓名、坩埚类别等。Mass Flow Control Settings 中，DSC 的保护气为氮气，流速设置在 50mL/min，请不要修改。

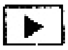
以上三页参数设置完成后，点 Apply。

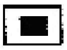
五.　数据采集

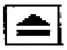
完成以上步骤后，点 start 按钮，仪器开始按设定的方法进行实验并保存所采集的数据。屏幕右下角有实验图谱的实时显示。若要放大观看，可从 View 菜单中选择 Real Time Plot View。

在完成设定的实验程序后，仪器会自动结束实验。在屏幕右侧 Signal 中注意观察 Heater Temperature。必须在 Heater Temperature 降至 25℃至 35℃时，方可打开炉盖取出样品坩埚，进行下一个测试。

若要中途终止实验或放弃实验，点击相应的快捷键：


开始实验


终止实验　（中途终止实验，并保存已收集的测试数据）


终止实验　（中途终止实验，且放弃已收集的测试数据）

若要在实验进行过程中修改实验方法，选择：experiment—Method—Running Method，根据需要对当前的实验方法作出修改（但不能编辑方法）。

特别强调：上面没有提到的其它菜单内容，请不要随意更改。**尤其是 Tools 菜单下的 Instrument Setup、Controller License、 Instrument License，不允许作任何修改！**

六.　数据处理

从 View 菜单中选择 Universal Analysis，进入数据分析处理窗口。调出文件谱图。

1. Rescale----改变坐标区间和分析范围

（1）　Manual Rescale：输入所需的坐标的起始、终止值

（2）　Cursor Rescale：用鼠标选择所需的图谱范围

（3）　Full Scale：回到最初完整的坐标

2. Edit----Annotate: 在图谱上标上注解

3. Graph----谱图处理

（1）Signals----选择 X、Y 轴信号

（2）Units--- 选择 X、Y 轴的单位

（3）Data Limits----返回数据范围选择屏

（4）Overlay：图谱叠加

4.Analyze ----显示分析项目，进行有关数据处理。（也可在图谱区单击鼠标右键，即出现 Analyze 菜单。）

Integrate Peak（峰积分）: 计算热量变化、熔融峰的起始温度、峰尖温度、峰面积

Peak Max（峰值）: 确定所选区间内最大峰值 1

Glass Transition（玻璃化转变）: 确定聚合物的玻璃化转变温度

Onset Point（起始温度）:确定改变基线斜率的任何热转变起始温度

Curve Value（曲线值）:确定曲线轨迹上任何点的 X、Y 坐标值

七. 数据拷贝

实验结束后请将你的图谱文件及时拷走。SDT、DSC 的图谱均可转化为 ASCII 文件。只允许光盘刻录数据，禁止使用 U 盘。

DSC 文件的转化和拷贝：

File—Export data File—File Signals Only—ASCII data File—A:--文件名--save

八. 待机处理和关机

（一）待机处理

测试结束后，如果第二天有人预约，Q100DSC 专用氮气钢瓶中的氮气足量，可以不作任何处理。但若第二天无人预约，为节约起见，请执行以下待机操作：

1. Control—Event—Off（停止制冷系统的制冷运行）；
2. 紧接着选择 Control—Go To Standby Temp.（保持炉温，防止炉温随着 Flange 温度而下降）；
3. 待 Flange Temp 升至室温后，在 Note 页，将氮气流速设为 0mL/min，点 Apply；
4. 关闭Q100DSC专用氮气钢瓶分压阀，只需逆时针方向拧松 180^0即可！

仪器主机、制冷单元和计算机均不用关闭。

（二）关机处理

需要关机时，请按以下步骤操作：（一般情况下只由工作人员关机）

1. Control—Event—Off（停止制冷系统的制冷运行）
2. 紧接着选择 Control—Go To Standby Temp.（保持炉温，防止炉温随着 Flange 温度而下降）
3. 待 Flange Temp 升至室温后，在 Note 页，将氮气流速设为 0mL/min，点 Apply；
4. 关闭 Q100 运行程序，视 Q600SDT 运行情况决定是否要关闭计算机。
5. 关闭仪器上的液晶显示屏：Display—Shutdown
6. 关闭 Q100 仪器主机及制冷单元的电源开关。
7. 关闭Q100DSC专用氮气钢瓶分压阀，只需逆时针方向拧松 180^0即可！

附：

Q100MDSC 仪器能达到的最大降温速率

温度区间	最快降温速率
400℃ ~~ 100℃	40℃/min
100℃ ~~ 室温	25℃/min
室温 ~~ －70℃	4℃/min
－70℃ ~~ －90℃	3℃/min